

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application of :
Hideki WATANABE et al. :
Serial No. NEW : **Attn: APPLICATION BRANCH**
Filed April 9, 2004 : Attorney Docket No. 2004-0553A
APPARATUS AND METHOD :
FOR PULLING SINGLE CRYSTAL : THE COMMISSIONER IS AUTHORIZED
TO CHARGE ANY DEFICIENCY IN THE
FEE FOR THIS PAPER TO DEPOSIT
ACCOUNT NO. 23-0975.

CLAIM OF PRIORITY UNDER 35 USC 119

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

Applicants in the above-entitled application hereby claim the date of priority under the International Convention of Japanese Patent Application No. 2003-112408, filed April 17, 2003, and Japanese Patent Application No. 2003-107655, filed April 11, 2003, as acknowledged in the Declaration of this application.

A certified copy of said Japanese Patent Applications are submitted herewith.

Respectfully submitted,

Hideki WATANABE et al.

By



Nils E. Pedersen
Registration No. 33,145
Attorney for Applicants

NEP/gtg
Washington, D.C. 20006-1021
Telephone (202) 721-8200
Facsimile (202) 721-8250
April 9, 2004



日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 3 年 4 月 1 7 日
Date of Application:

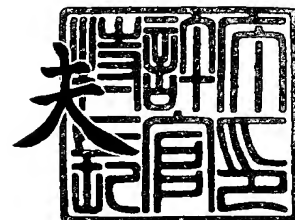
出 願 番 号 特 願 2 0 0 3 - 1 1 2 4 0 8
Application Number:
[ST. 10/C] : [J P 2 0 0 3 - 1 1 2 4 0 8]

出 願 人 三 菱 住 友 シ リ コ ン 株 式 有 限 公 司
Applicant(s):

2 0 0 3 年 1 1 月 1 4 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



出証番号 出証特 2 0 0 3 - 3 0 9 4 5 7 7

【書類名】 特許願

【整理番号】 MSH003002

【提出日】 平成15年 4月17日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C30B 15/00

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号
三菱住友シリコン株式会社内

【氏名】 渡邊 英樹

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号
三菱住友シリコン株式会社内

【氏名】 宮本 勇

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号
三菱住友シリコン株式会社内

【氏名】 藤原 俊幸

【発明者】

【住所又は居所】 東京都港区芝浦一丁目 2 番 1 号
三菱住友シリコン株式会社内

【氏名】 稲見 修一

【特許出願人】

【識別番号】 302006854

【氏名又は名称】 三菱住友シリコン株式会社

【代理人】

【識別番号】 100096080

【弁理士】

【フリガナ】 イチ リュウジ

【氏名又は名称】 井内 龍二

【電話番号】 0725-21-4440

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 015990

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0203107

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 単結晶引き上げ装置及び単結晶引き上げ方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 熔融液が充填される坩堝、該坩堝の周辺に位置するヒータ、及び前記熔融液の直上に位置した状態の種結晶を取り囲むように位置させ得る発熱部と、該発熱部を単結晶の通過領域より退避させる移動機構とを含んで構成された補助加熱手段等を備えた単結晶引き上げ装置において、

前記発熱部と前記種結晶との間の空隙を覆う被覆部が前記発熱部から延設されていることを特徴とする単結晶引き上げ装置。

【請求項 2】 前記被覆部が保温部又は発熱部として機能することを特徴とする請求項 1 記載の単結晶引き上げ装置。

【請求項 3】 前記被覆部が前記種結晶を通過させるための第 1 の開口部を有し、該第 1 の開口部の直径が前記種結晶の直径の 1.25 ～ 3.0 倍の範囲で設定されていることを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 記載の単結晶引き上げ装置。

【請求項 4】 前記発熱部及び前記被覆部が前記種結晶の通過領域から退避させるための第 2 の開口部を有し、該第 2 の開口部の幅が前記種結晶の直径の 1.25 ～ 3.0 倍の範囲で設定されていることを特徴とする請求項 1 ～ 3 のいずれかの項に記載の単結晶引き上げ装置。

【請求項 5】 請求項 1 ～ 4 のいずれかの項に記載の単結晶引き上げ装置を用いた単結晶引き上げ方法であって、

直径が 8 ～ 14 mm である種結晶を用いることを特徴とする単結晶引き上げ方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は単結晶引き上げ装置及び単結晶引き上げ方法に関し、より詳細にはチョクラルスキー法（以下、CZ法と記す）に代表される引き上げ法により、シリコン等からなる単結晶を引き上げる際に使用される単結晶引き上げ装置及び単結

晶引き上げ方法に関する。

【0 0 0 2】

【従来の技術】

現在、大規模集積回路（L S I）等の回路素子形成用基板の製造に使用されているシリコン単結晶の大部分は、C Z 法により引き上げられている。引き上げ単結晶を無転位化する方法としては、結晶の直径を数mm程度にまで細くすることで無転位化を図る、ダッシュネック法と呼ばれる方法が一般的に用いられている。近年、引き上げ単結晶の大口径化に伴い、単結晶重量が大きくなってきており、細いネック部に掛かる荷重がシリコンの引張強度を超え、単結晶の引き上げ中に結晶が落下する虞れが大きくなってきている。

【0 0 0 3】

上記虞れに対処するため、移動可能な補助加熱手段を用いて種結晶を予熱し、種結晶を熔融液に接触させる際の熱ショックによる導入転位を抑制し、ネック部を形成することなく引き上げ単結晶を無転位化する方法（特許文献 1 参照）や、ダッシュネック法による無転位化作業時にネック部を補助加熱手段を用いて加熱することにより、ネック部の温度分布を制御してネック部に作用する熱応力を軽減し、通常よりも太い直径のネック部でも引き上げ単結晶を無転位化できる方法（特許文献 1 参照）が開発されている。

【0 0 0 4】

また、本件出願人は、坩堝に充填された熔融液の直上に位置した状態の種結晶を取り囲むように位置させ得る発熱部と、該発熱部を単結晶の通過領域より退避させる移動機構とを含んで構成された補助加熱手段を備えた単結晶引き上げ装置を先に提案している（特許文献 2 参照）。

【0 0 0 5】

図 5 は、補助加熱手段を備えた従来の単結晶引き上げ装置を模式的に示した断面図である。また、図 6（a）、（b）は、従来の単結晶引き上げ装置における補助加熱手段を構成する発熱部の形態を模式的に示した斜視図及び平面図である。

【0 0 0 6】

図中 2 1 は、坩堝を示しており、坩堝 2 1 は、有底円筒形状をした石英製坩堝 2 1 a と、この石英製坩堝 2 1 a の外側に嵌合された、同じく有底円筒形状をした黒鉛製坩堝 2 1 b とから構成されており、坩堝 2 1 は、図中の矢印 A 方向に所定の速度で回転する支持軸 2 8 に支持されている。この坩堝 2 1 の外側には、抵抗加熱式のメインヒータ 2 2、メインヒータ 2 2 の外側には保温筒 2 7 が同心円状に配置されており、坩堝 2 1 内には、このメインヒータ 2 2 により熔融される結晶用原料である熔融液 2 3 が充填されるようになっている。また、坩堝 2 1 の中心軸上には、引き上げ棒あるいはワイヤー等からなる引き上げ軸 2 4 が吊設されており、この引き上げ軸 2 4 の先に、保持具 2 4 a を介して種結晶 3 5 が取り付けられるようになっている。

【0 0 0 7】

また、図中 2 5 は整流治具を示しており、整流治具 2 5 の本体部 2 5 a は逆円錐台側面形状を有すると共に、引き上げられた単結晶 3 6 を取り囲むように位置し、本体部 2 5 a の下端部が坩堝 2 1 内に充填される熔融液 2 3 面の上方近傍に位置させ得るように配設されている。

【0 0 0 8】

また、図中 2 6 は補助加熱手段を示しており、補助加熱手段 2 6 の発熱部 2 6 a は、図 6 (a)、(b) に示すように、種結晶 3 5 の水平方向に関する外周長さの半分以上を取り囲むと共に種結晶 3 5 から退避するための開口部 2 6 b を有し、熔融液 2 3 の直上に位置した状態の種結晶 3 5 を取り囲み得るように配設されている。発熱部 2 6 a には、発熱部 2 6 a に電力を供給するとともに、発熱部 2 5 a を下降又は上昇させる際の角度を決定するための電極 2 5 c が接続されている。またネック部 3 6 a 形成後、メインボディ部 3 6 c を形成する際に発熱部 2 5 a を単結晶 3 6 の通過領域より退避させるための移動機構（図示せず）が装備されており、発熱部 2 6 a、電極 2 6 b、及び移動機構を含んで補助加熱手段 2 6 が構成されている。なお発熱部 2 6 a における発熱領域を図 6 (b) 中にハッチで示している。移動機構を除くこれらの部材は、圧力の制御が可能な水冷式のチャンバ 2 9 内に納められている。

【0 0 0 9】

上記した単結晶引き上げ装置を用いて単結晶 36 を引き上げる方法を、図 7 に基づいて説明する。図 7 (a) ~ (e) は、単結晶を引き上げる各工程のうちの一部の工程における、種結晶の近傍を模式的に示した部分拡大正面図である。

【0010】

図 7 には示していないが、まずチャンバ 29 内を減圧した後、不活性ガスを導入してチャンバ 29 内を減圧の不活性ガス雰囲気とし、その後メインヒータ 22 により結晶用原料を溶融させ、しばらく放置して溶融液 23 中のガスを十分に放出させる。

【0011】

次に、支持軸 28 と同一軸心で逆方向に所定の速度で引き上げ軸 24 を回転させながら、保持具 24a に取り付けられた種結晶 35 を降下させて、種結晶 35 の予熱を行う (図 7 (a))。次に、種結晶 35 を降下させ、種結晶 35 の先端部 35a を溶融液 23 に浸漬する (図 7 (b))。

次に補助加熱手段 26 によって種結晶 35 と溶融液 23 との界面を加熱しながら、種結晶 35 をさらに降下させて溶融液 23 に漬け込む (図 7 (c))。

【0012】

次に、所定の引き上げ速度で種結晶 35 を引き上げ、この種結晶 35 の下部にこれと略同様の直径のネック部 36a を形成する。このとき補助加熱手段 26 の発熱部 26a によりネック部 36a と溶融液 23 との界面を加熱し、ネック部 36a の温度分布に起因する熱応力を軽減させ、ネック部 36a を無転位化させる (無転位化工程、図 7 (d))。

【0013】

次に、移動手段 (図示せず) を駆動させて発熱部 26a をネック部 36a から退避させ、その後引き上げ軸 24 の引き上げ速度 (以下、単に引き上げ速度とも記す) を落としてネック部 36a を所定の径まで成長させ、ショルダー 36b を形成する (ショルダー形成工程)。その後、一定の速度で引き上げ軸 24 を引き上げることにより、一定の径、所定長さのメインボディ 36c を形成する (メインボディ形成工程、図 7 (e))。

その後、図 7 には示していないが、最後に急激な温度変化により単結晶 36 に

高密度の転位が導入されないように、単結晶 3 6 の直径を徐々に絞って単結晶 3 6 全体の温度を徐々に降下させ、終端コーンを形成する。その後、単結晶 3 6 を熔融液 2 3 から切り離し、冷却して単結晶 3 6 の引き上げを完了させる。

【0 0 1 4】

【特許文献 1】

特開平 1 1 - 1 8 9 4 8 8 号公報

【特許文献 2】

特開 2 0 0 0 - 1 3 7 9 8 6 号公報

【0 0 1 5】

【発明が解決しようとする課題】

上記した従来の単結晶引き上げ装置においては、補助加熱手段 2 6 の発熱部 2 6 a により種結晶 3 5 と熔融液 2 3 との界面を加熱することにより、着液時の熱ショックが軽減され、着液時の導入転位数を減少させることができ、また、ネック部 3 6 a を加熱することによりネック部 3 6 a の径方向の温度勾配が小さくなり、熱応力が軽減され、ネック部 3 6 a での転位除去能力が増大され、引き上げる単結晶の無転位化を図ることができるとしている。

【0 0 1 6】

しかしながら、発熱部 2 6 a が平面視 U 字形状の抵抗加熱ヒータから構成されており、その発熱領域が種結晶 3 5 の水平方向に関する外周長さの 5 0 ~ 7 0 % に設定されているので、発熱部 2 6 a からの熱が種結晶 3 5 との間の空隙から上方へ放射されやすく、種結晶 3 5 やネック部 3 6 a の鉛直方向の温度分布を小さくすることがやや困難で、その結果、熱応力が発生して、転位が導入される虞れも残っていたという課題があった。

【0 0 1 7】

本発明は上記課題に鑑みなされたものであって、補助加熱手段を用いて種結晶及び／又はネック部を加熱して単結晶を引き上げる場合に、前記種結晶及び／又は前記ネック部の鉛直方向の温度勾配を極力小さくして、熱応力の発生を抑制し、転位の導入を阻止して、引き上げる単結晶の無転位化率をさらに向上させることのできる単結晶引き上げ装置及び単結晶引き上げ方法を提供することを目的と

している。

【0 0 1 8】

【課題を解決するための手段及びその効果】

上記目的を達成するために本発明に係る単結晶引き上げ装置（１）は、溶融液が充填される坩堝、該坩堝の周辺に位置するヒータ、及び前記溶融液の直上に位置した状態の種結晶を取り囲むように位置させ得る発熱部と、該発熱部を単結晶の通過領域より退避させる移動機構とを含んで構成された補助加熱手段等を備えた単結晶引き上げ装置において、前記発熱部と前記種結晶との間の空隙を覆う被覆部が前記発熱部から延設されていることを特徴としている。

【0 0 1 9】

上記単結晶引き上げ装置（１）によれば、前記被覆部により前記発熱部上方への放熱が抑制され、前記発熱部と前記種結晶との間における鉛直方向の熱分布を均一化させることができ、前記種結晶の鉛直方向の温度分布を小さくすることができる。その結果、前記種結晶の先端の成長界面の形状を下に凸形状とすることができ、熱応力が軽減され、転移の導入を阻止することができ、引き上げる単結晶の無転位化率を一層向上させることができる。また、前記種結晶からネック部が形成される場合でも、上記同様の効果を得ることができ、前記ネック部での転移除去能力を増大させることができ、転移を伝播させることなく単結晶を引き上げることができる。

【0 0 2 0】

また本発明に係る単結晶引き上げ装置（２）は、上記単結晶引き上げ装置（１）において、前記被覆部が保温部又は発熱部として機能することを特徴としている。

【0 0 2 1】

上記単結晶引き上げ装置（２）によれば、前記被覆部が前記保温部として機能することにより、前記被覆部から外部への放熱を抑制することができ、前記発熱部と前記種結晶との間における保温特性を向上させることができる。また、前記被覆部が前記発熱部として機能することにより、前記発熱部と前記種結晶との間における鉛直方向の熱分布をより一層均一化させることができる。

【0022】

また本発明に係る単結晶引き上げ装置（3）は、上記単結晶引き上げ装置（1）又は（2）において、前記被覆部が前記種結晶を通過させるための第1の開口部を有し、該第1の開口部の直径が前記種結晶の直径の1.25～3.0倍の範囲で設定されていることを特徴としている。

【0023】

上記単結晶引き上げ装置（3）によれば、前記第1の開口部の直径が前記種結晶の直径の1.25～3.0倍の範囲で設定されているので、前記第1の開口部と前記種結晶との間の空隙から上方への放熱を抑制することができ、前記発熱部と前記被覆部とで覆われる前記種結晶や、該種結晶から形成されるネック部の鉛直方向の温度勾配を小さくすることができる。したがって、前記種結晶や前記ネック部の先端面の成長界面の形状を下に凸形状とすることができ、転位の伝播を抑制することができ、前記転位を効率よく排除することができる。

【0024】

なお、前記第1の開口部の直径が、前記種結晶の直径の3.0倍より大きくなると、前記第1の開口部と前記種結晶との間の空隙から上方への放熱が大きくなるため、前記種結晶や前記ネック部の鉛直方向の温度勾配が大きくなり、前記成長界面の形状を下に凸形状とすることが困難となり、転位の伝播を十分に抑制することができず、転位が導入されやすくなり、好ましくない。

また、前記第1の開口部の直径が、前記種結晶の直径の1.25倍より小さくなると、前記開口部において前記被覆部と前記種結晶とが接触する恐れがあり、好ましくない。

【0025】

また本発明に係る単結晶引き上げ装置（4）は、上記単結晶引き上げ装置（1）～（3）のいずれかにおいて、前記発熱部及び前記被覆部が前記種結晶の通過領域から退避させるための第2の開口部を有し、該第2の開口部の幅が前記種結晶の直径の1.25～3.0倍の範囲で設定されていることを特徴としている。

【0026】

上記単結晶引き上げ装置（4）によれば、前記第2の開口部の幅が前記種結晶

の直径の 1.25 ～ 3.0 倍の範囲で設定されているので、前記第 2 の開口部から側方への放熱を抑制することができ、前記種結晶や該種結晶から形成されるネック部の水平方向（径方向）の温度勾配を小さくすることができる。したがって、前記種結晶や前記ネック部での熱応力が軽減され、転位の導入を効果的に阻止することができる。

【0027】

なお前記第 2 の開口部の幅が前記種結晶の直径の 3.0 倍より大きくなると、前記第 2 の開口部からの放熱が大きくなり、径方向の温度勾配が大きくなるため、前記種結晶及び前記ネック部での転位除去能力が低下し、新たな転位を誘発する熱応力の発生によって無転位化を図ることが困難となり、好ましくない。

また、前記第 2 の開口部の幅が前記種結晶の直径の 1.25 倍より小さくなると、前記種結晶からの退避時に前記開口部と前記種結晶とが接触する恐れがあり、好ましくない。

【0028】

また本発明に係る単結晶引き上げ方法（1）は、上記単結晶引き上げ装置（1）～（4）のいずれかを用いた単結晶引き上げ方法であって、直径が 8 ～ 14 mm である種結晶を用いることを特徴としている。

【0029】

上記単結晶引き上げ方法（1）によれば、直径が 8 mm 以上であるので、メインボディ部の直径が約 12 インチで、重量が 300 kg 程度の大重量の単結晶を引き上げる場合においても、十分に支持することができる。また、直径が 14 mm 以下であるので、前記溶融液への着液前に前記種結晶の先端部を十分に加熱することができ、径方向の温度勾配を小さくすることができ、着液時の熱ショックによる転位の導入を阻止することができる。

【0030】

【発明の実施の形態】

以下、本発明に係る単結晶引き上げ装置及び単結晶引き上げ方法の実施の形態を図面に基づいて説明する。尚、図 5 に示した従来の単結晶引き上げ装置と同一の機能を有する構成部品については同一の符号を付してその説明を省略すること

とする。

本実施の形態に係る単結晶引き上げ装置は、12インチ（約300mm）以上の大口径、いわゆる大重量単結晶の引き上げを前提としている。

【0031】

図1は、実施の形態に係る単結晶引き上げ装置の要部を模式的に示した断面図であり、図2は、この装置における補助加熱手段の要部を模式的に示した図であり、(a)は平面図、(b)は正面図、(c)は(a)におけるC-C線断面図である。

【0032】

図中16は補助加熱手段を示しており、補助加熱手段16は、図2に示すように、溶融液23の直上に位置した状態の種結晶35を取り囲むように位置させ得る略円筒形状の発熱部16aと、発熱部16aの上端から内側斜め上方に延設された略円錐台側面形状の被覆部16dと、この発熱部16aに電力を供給するとともに、発熱部16aを下降又は上昇させる際の角度を決定するための電極16cと、ネック部36a形成後、メインボディ部36c（図4）を形成する際に被覆部16dが設けられた発熱部16aを単結晶36（図4）の通過領域より退避させるための移動機構（図示せず）とを含んで構成されている。

【0033】

発熱部16aと被覆部16dとには、種結晶35から退避させるための側面開口部16bが設けられている。また、略円錐台側面形状からなる被覆部16dの上面には、種結晶35やネック部36aを通過させるための上面開口部16eが設けられており、上面開口部16eと側面開口部16bとがつながるように形成されている。

【0034】

上面開口部16eの直径Dは、使用される種結晶35の直径の1.25～3.0倍の範囲で設定される。また、側面開口部16bの幅Wも、使用される種結晶35の直径の1.25～3.0倍の範囲で設定される。被覆部16dは、発熱部としてではなく保温部として機能するようになっている。

【0035】

補助加熱手段 1 6 の少なくとも発熱部 1 6 a と被覆部 1 6 d とは、炭素材及び炭素材の表面にコーティングされた炭化珪素材から形成されており、移動機構も炭素材及び炭素材の表面にコーティングされた炭化珪素材から形成されていることがより望ましく、このように補助加熱手段 1 6 を炭素材及び炭素材の表面にコーティングされた炭化珪素材から形成することにより、発熱部 1 6 a や被覆部 1 6 d が高温になっても、発熱部 1 6 a や被覆部 1 6 d から不純物が発生して引き上げられる単結晶 3 6 に悪影響を与えるといった事態の発生を阻止することができる。

【 0 0 3 6 】

発熱部 1 6 a 下端と熔融液 2 3 面とのギャップ G は、熔融液 2 3 と発熱部 1 6 a とが接触しない程度でかつ種結晶 3 5 の先端部 3 5 a を着液前に効率よく高温化できる距離、例えば 5 ～ 3 0 mm の範囲に設定し得るようになっている。ギャップ G が 5 mm 未満になると熔融液 2 3 との接触の恐れがあり、好ましくなく、また、ギャップ G が 3 0 mm を越えると固液界面での転位の除去に必要な温度勾配の減少を実現しにくくなり、好ましくない。

【 0 0 3 7 】

なお上記実施の形態に係る補助加熱手段 1 6 の被覆部 1 6 d は保温部として構成されているが、別の実施の形態に係る補助加熱手段では、被覆部が発熱部として構成されていてもよい。被覆部が発熱部として構成されることにより、発熱部 1 6 a と種結晶 3 5 との間の鉛直方向の熱分布をより均一化させることができ、発熱部 1 6 a と被覆部とにより覆われる種結晶 3 5 やネック部 3 6 a の鉛直方向の温度分布を一層均一化させることができる。

【 0 0 3 8 】

また上記実施の形態では、被覆部 1 6 d として、発熱部 1 6 a の上端から内側斜め上方に延設させた略円錐台側面形状のものを採用した場合について説明したが、被覆部 1 6 d の配設位置や形状は、上記実施の形態に限定されるものではなく、例えば、図 3 に示すように、発熱部 1 6 a の上部内壁から水平方向に保温部又は発熱部として延設されて被覆部 1 6 d₂ が形成されていてもよく、要は種結晶 3 5 やネック部 3 6 a の鉛直方向の温度分布の均一化を図ることができるよう

に、発熱部 1 6 a と種結晶 3 5 との間の空隙を覆うことができる形状の被覆部を発熱部から延設するようにすればよい。

【 0 0 3 9 】

次に、上記実施の形態に係る単結晶引き上げ装置を用いた単結晶引き上げ方法について説明する。図 4 (a) ～ (e) は、実施の形態に係る単結晶引き上げ方法の各工程のうちの、一部の工程を実施する際の、種結晶 3 5 の近傍を模式的に示した部分拡大正面図である。

以下に説明する工程以前の工程は、「従来の技術」の項で説明した方法と同様の方法で行う。

【 0 0 4 0 】

支持軸 2 8 (図 5) と同一軸心で逆方向に所定の速度で引き上げ軸 2 4 (図 1) を回転させながら、保持具 2 4 a (図 1) に取り付けられた種結晶 3 5 を熔融液 2 3 の直上まで降下させ、種結晶 3 5 の予熱を行い、種結晶 3 5 の先端部 3 5 a の温度を上昇させる (図 4 (a)) 。

【 0 0 4 1 】

種結晶 3 5 の直径を小さくすることにより、先端部 3 5 a の熱容量が減少し、種結晶 3 5 を熔融液 2 3 に着液させる際の温度変化が容易となり、着液時の径方向の温度分布が小さくなり、作用する熱応力が軽減され、着液時の導入転位数を減少させることができるが、種結晶 3 5 の直径 D が 8 mm 未満であると、1 2 インチ程度の直径で 3 0 0 k g を超える重量の単結晶 3 6 を安定して支持するのが難しくなる。他方、種結晶 3 5 の直径 D が 1 4 mm を超えると、単結晶 3 6 を支持するのには十分であるが、種結晶 3 5 の径が大きすぎて補助加熱手段 1 6 を用いての均一加熱が困難となり、種結晶 3 5 に発生する熱応力が増大して転位を除去することが困難になる。従って、種結晶 3 5 の直径は 8 ～ 1 4 mm の範囲で設定することが好ましい。

【 0 0 4 2 】

前記予熱時間を 5 ～ 6 0 分程度とることにより、種結晶 3 5 の先端部 3 5 a の温度が上昇し、1 2 0 0 ～ 1 3 0 0 ℃程度の温度となる。着液前予熱時の熔融液 2 3 と種結晶 3 5 の先端部 3 5 a との距離は、1 ～ 3 0 mm の範囲で設定するこ

とが好ましく、種結晶 35 を出来る限り熔融液 23 表面温度に近づけるために、より好ましくは 5 mm 以下の距離に設定する。

【0043】

前記予熱の後、さらに種結晶 35 の先端部 35 a を補助加熱手段 16 の発熱部 16 a を用いて加熱し、先端部 35 a の温度を 1380～1420℃まで上昇させておく。種結晶 35 の先端部 35 a の温度が 1380℃以上であれば、種結晶 35 を降下させて先端部 35 a を熔融液 23 に接触させる過程において、熱応力に起因する転位の発生を著しく抑制することができる。

【0044】

但し、種結晶 35 の先端部 35 a の温度が 1420℃を超えると、種結晶 35 が補助加熱手段 16 に近い部分から熔融し始め、種結晶 35 を降下させて先端部 35 a を熔融液 23 に接触させる過程において、熔融液 23 の温度が予想よりも高い場合や、熔融液 23 の表面の温度変動が大きい場合に、溶断してしまう可能性もでてくる。

【0045】

次に、種結晶 35 を降下させ、種結晶 35 の先端部 35 a を熔融液 23 に着液させる（図 4（b））。この着液時において、種結晶 35 の先端部 35 a は、熔融液 23 との温度差が小さくなっているため、温度差に起因して種結晶 35 中に発生する熱応力は小さい。そのため種結晶 35 として無転位のものを使用した場合には転位が導入されることはほとんどない。また、単結晶 36 の引き上げ中に有転位化した場合の単結晶 36 の再熔融後など、種結晶 35 に若干の転位を含む場合の再引き上げ時に、種結晶 35 を熔融液 23 へ再度接触させても転位が増殖、伸展することがない。

【0046】

次に、種結晶 35 の先端に結晶を成長させていくが、このとき後述するメインボディ 36 c の形成速度よりも速い速度で引き上げ軸 24 を引き上げ、単結晶 36 の成長界面（ネック部 36 a の先端面）の形状を下に凸形状としてネック部 36 a を形成する（図 4（c））。本実施の形態に係る装置では、径が太くても転位除去可能なネック部 36 a を形成することができる。それは、育成中のネック

部 3 6 a への発熱部 1 5 a からの輻射量が増大するため、ネック部 3 6 a 結晶内の熱分布を平面化し、熱応力が軽減されることにより、ネック部 3 6 a での転位除去能力が増大するからである。

【0047】

ネック部 6 a の直径は 7 ～ 12 mm が好ましく、12 mm より大きいとネック部 3 6 a の育成中に平面的な熱分布が得られにくいため、熱応力が大きくなり、転位除去能力が低下してしまう。したがって、直径が 8 ～ 12 mm の種結晶 3 5 を用いる場合には、種結晶 3 5 と同径のネック部 3 6 a を形成すればよく、また直径 12 mm を越える大きさの種結晶 3 5 を用いる場合には、ネック部 3 6 a が 12 mm 以下となるように縮径させればよい。

【0048】

万一、種結晶 3 5 の熔融により完全に無転位化を図ることができずに転位が僅かに残った場合でも、ネック部 3 6 a の熱応力が低減されてネック部 3 6 a の形成中に転位が除去され、ネック部 3 6 a 下部より成長させる単結晶 3 6 が確実に無転位化されるため、ネック部 3 6 a を引き上げる際には、補助加熱手段 1 6 を用いてネック部 3 6 a 近傍を引き続き加熱することが望ましい。

【0049】

次に、補助加熱手段 1 6 への電力供給を停止し、発熱部 1 6 a をネック部 3 6 a の周囲から退避させた後、単結晶 3 6 を所定の径（12 インチ程度）まで成長させて、ショルダー 3 6 b を形成する。この後、所定の引き上げ速度で単結晶 3 6 を引き上げて、メインボディ 3 6 c を形成する（図 4（d）、（e））。

【0050】

その後は、「従来の技術」の項で説明した方法と略同様の方法により単結晶 3 6 を引き上げ、熔融液 2 3 から切り離して冷却させることにより単結晶 3 6 の引き上げを完了する。

【0051】

なお、上記実施の形態では、CZ 法に本発明を適用した場合について説明したが、本発明は何ら CZ 法への適用に限定されるものではなく、例えば磁場を印加する MCZ 法にも同様に適用可能である。

また、上記実施の形態では、種結晶 35 が略円柱形状である場合について説明したが、別の実施の形態では種結晶が多角柱形状であっても良く、この場合もネック部 36a の直径が 7 ～ 12 mm の範囲になるようにすれば良い。

【0052】

また、上記実施の形態に係る単結晶引き上げ装置を用いて、種結晶 35 及びネック部 36a のいずれにも発熱部 16a による加熱により輻射量が増大される場合の単結晶引き上げ方法についてのみ、ここでは説明しているが、種結晶 35 への輻射量だけを増大させて、ネック部 36a を形成せずに単結晶 36 を引き上げることや、ネック部 36a への輻射量だけを増大させて、ネック部 36a での転位除去能力の増大を図ることにより、単結晶 36 を引き上げることができることは、言うまでもない。

【0053】

【実施例及び比較例】

以下、実施例及び比較例に係る単結晶引き上げ装置及び単結晶引き上げ方法を説明する。以下、その条件を記載する。

[実施例 1 ～ 20 及び比較例 1 ～ 3 に共通する条件]

| | |
|-----------------|---|
| 結晶用原料の仕込み量 | : 260 kg |
| チャンバー 29 内の雰囲気 | : Ar 雰囲気 |
| Ar の流量 | : 160 リットル／分 |
| 炉内圧力 | : $4 \times 10^3 \sim 8 \times 10^3$ Pa |
| 坩堝 21 の直径 | : 813 mm |
| 引き上げる単結晶 36 の形状 | |
| 直径 | : 約 300 mm (約 12 インチ) |
| 長さ | : 約 200 mm |
| 種結晶 35 の形状 | |
| 直径 | : 8、12、15、18 mm |
| 引き上げ回数 | : 各条件 × 10 回 |

【0054】

[比較例 1 ～ 3 の条件]

比較例 1～3 の場合、従来の加熱補助手段 26（発熱部 26a に被覆部が延設されておらず、発熱部 26a における発熱領域が、種結晶 35 の水平方向に関する外周長さの 50% のもの）を備えた単結晶引き上げ装置（図 6）を用い、直径の異なる種結晶 35 を使用し、種結晶 35 と略同径のネック部 36a を形成して単結晶 36 の引き上げを行った。

【0055】

[実施例 1～20 の条件]

実施例 1～20 の場合、図 1 に示した実施の形態に係る単結晶引き上げ装置を用い、直径の異なる種結晶 35 を使用し、種結晶 35 に対応させて被覆部 16d の上面開口部 16e 径と、側面開口部 16b 幅とを変化させて、種結晶 35 と略同径のネック部 36a を形成して単結晶 36 の引き上げを行った。なお、保温部材からなる被覆部 16d と、発熱部材からなる被覆部とを各条件ごとに使用した。

【0056】

[試験方法（実施例 1～20 及び比較例 1～3 に共通）]

発熱部 16a の下端と熔融液 23 とのギャップ G を一定にして、種結晶 35 を熔融液 23 に着液した際に適温となるように発熱部 16a 又は発熱部 16a と発熱部としての被覆部とを加熱する。その後、種結晶 35 を熔融液 23 上面から 5 mm 程度上に位置させ、30 分間予熱後着液させる。

安定後、種結晶 35 とほぼ同径のネック部 36a を 150 mm 育成し、ネック部 36a より発熱部 16a を退避させて、その後増径させてメインボディ 36c を 200 mm 育成し、この育成範囲で単結晶が有転位化し結晶軸の軸切れを生じなかった場合を無転位（DF: Dislocation Free）とした。

その後単結晶 36 を熔融液 23 中へ溶かし込み、熔融液 23 量を同一にして次サンプルの育成を開始した。

【0057】

下記の表 1 に、個別条件とそれぞれの場合の単結晶 36 の DF（Dislocation Free）率とを示している。なお、ここでの開口径比率は、種結晶 35 の直径に対する上面開口部 16e の直径の比率を示し、開口幅比率は、種結晶 35 の幅（直

径) に対する側面開口部 16b の幅の比率を示している。

【表 1】

| | 被覆部の 構成部材 | 種結晶径 (nm) | 平均ネック径 (nm) | 開口径比率 | 開口幅比率 | DF 率 (%) |
|--------|--------------|--------------|----------------|-------|-------|-------------|
| 比較例 1 | — | 7 | 7.12 | — | 2.86 | 80 |
| 比較例 2 | — | 8 | 8.15 | — | 2.50 | 60 |
| 比較例 3 | — | 14 | 13.98 | — | 1.43 | 0 |
| 実施例 1 | 保温部材 | 8 | 8.12 | 1.25 | 1.25 | 100 |
| 実施例 2 | 発熱部材 | 8 | 8.10 | 1.25 | 1.25 | 100 |
| 実施例 3 | 保温部材 | 14 | 14.21 | 1.25 | 1.25 | 100 |
| 実施例 4 | 発熱部材 | 14 | 14.14 | 1.25 | 1.25 | 100 |
| 実施例 5 | 保温部材 | 8 | 7.98 | 3.00 | 1.25 | 100 |
| 実施例 6 | 発熱部材 | 8 | 8.06 | 3.00 | 1.25 | 100 |
| 実施例 7 | 保温部材 | 14 | 13.98 | 3.00 | 1.25 | 90 |
| 実施例 8 | 発熱部材 | 14 | 14.10 | 3.00 | 1.25 | 100 |
| 実施例 9 | 保温部材 | 8 | 8.20 | 4.00 | 1.25 | 100 |
| 実施例 10 | 発熱部材 | 8 | 8.12 | 4.00 | 1.25 | 100 |
| 実施例 11 | 保温部材 | 14 | 14.25 | 4.00 | 1.25 | 50 |
| 実施例 12 | 発熱部材 | 14 | 14.05 | 4.00 | 1.25 | 70 |
| 実施例 13 | 保温部材 | 8 | 7.89 | 3.00 | 3.00 | 100 |
| 実施例 14 | 発熱部材 | 8 | 8.01 | 3.00 | 3.00 | 100 |
| 実施例 15 | 保温部材 | 14 | 13.95 | 3.00 | 3.00 | 90 |
| 実施例 16 | 発熱部材 | 14 | 14.25 | 3.00 | 3.00 | 100 |
| 実施例 17 | 保温部材 | 8 | 8.06 | 3.00 | 4.00 | 60 |
| 実施例 18 | 発熱部材 | 8 | 8.11 | 3.00 | 4.00 | 90 |
| 実施例 19 | 保温部材 | 14 | 14.11 | 3.00 | 4.00 | 20 |
| 実施例 20 | 発熱部材 | 14 | 14.03 | 3.00 | 4.00 | 50 |

【 0 0 5 8 】

表 1 に示した比較例 1 ～ 3 の結果から明らかなように、従来型の平面視 U 字形の発熱部 2 6 a を備えた比較例 1 ～ 3 は、使用する種結晶 3 5 の径が大きくなると共に D F 率が低下した。3 0 0 k g の大重量結晶を安定に保持可能な直径 8 mm での D F 率は 6 0 % であった。また、直径 1 4 mm の種結晶を用いた比較例 3 では D F 率が 0 % となり、種結晶の直径が 1 4 mm 以上になると、引き上げる単結晶を無転位化させることができなかった。

【 0 0 5 9 】

実施例 1 ～ 4 の結果から明らかなように、開口径比率及び開口幅比率が共に 1 . 2 5 に設定された場合、いずれの場合も D F 率は 1 0 0 % となり良好であった。

また、実施例 5 ～ 8 の結果から明らかなように、開口径比率が 3 . 0 0、開口幅比率が 1 . 2 5 に設定された場合、種結晶 3 5 の径が 8 mm であれば、被覆部を保温部、発熱部のどちらにしても D F 率は 1 0 0 % となった（実施例 5、6）。一方、種結晶 3 5 の径が 1 4 mm になると、発熱部としての被覆部とした場合（実施例 8）では、D F 率は 1 0 0 % であったが、保温部としての被覆部 1 6 d とした場合（実施例 7）は、D F 率は 9 0 % となった。これは、開口径比率を高めた分、上面開口部 1 6 e から上方への放熱が増え、保温部による保温効果が少し低下したためと考えられる。

【 0 0 6 0 】

また、実施例 9 ～ 1 2 の結果から明らかなように、開口径比率が 4 . 0 0、開口幅比率が 1 . 2 5 に設定された場合、種結晶 3 5 の径が 8 mm であれば、被覆部を保温部、発熱部のいずれにしても D F 率は 1 0 0 % となり良好であった（実施例 9、1 0）。一方、種結晶 3 5 の径が 1 4 mm で、発熱部としての被覆部とした場合（実施例 1 2）、D F 率は 7 0 % まで低下し、また保温部としての被覆部 1 6 d とした場合（実施例 1 1）、D F 率が 5 0 % にまで低下した。これは、開口径比率をさらに高めた分、上面開口部 1 6 e から上方への放熱がさらに増え、被覆部 1 6 d よる放熱抑制効果が小さくなったためと考えられる。また開口径比率を 4 . 0 0 まで高めると発熱部としての被覆部としても、種結晶 3 5 の鉛直

方向の温度勾配を小さくすることができなくなった。

【0061】

また、実施例 13～16 の結果から明らかなように、開口径比率が 3.00、開口幅比率が 3.00 に設定された場合、種結晶 35 の径が 8 mm であれば、保温部としての被覆部 16 d（実施例 13）、発熱部としての被覆部（実施 14）のいずれであっても DF 率は 100% となり良好であった。また、種結晶 35 の径が 14 mm で、発熱部としての被覆部とした場合（実施例 16）、DF 率は 100% であったが、保温部としての被覆部 16 d とした場合（実施例 15）、DF 率は 90% となった。これは、開口径比率と開口幅比率とを高めた分、上面開口部 16 e から上方、側面開口部 16 b から側方への放熱が増え、保温部としての被覆部 16 d では、その保温効果を十分発揮できなかったためと考えられる。

【0062】

また、実施例 17～20 の結果から明らかなように、開口径比率が 3.00、開口幅比率が 4.00 に設定された場合、種結晶 35 の径が 8 mm で、発熱部としての被覆部とした場合（実施例 18）、DF 率は 90% となり、比較的良好であったものの、保温部としての被覆部 16 d とした場合（実施例 17）、DF 率は 60% に低下した。また、種結晶 35 の径が 14 mm で、保温部としての被覆部 16 d とした場合（実施例 19）、DF 率は 20% まで低下し、発熱部としての被覆部とした場合（実施例 20）、DF 率が 50% にまで低下した。これは、開口径比率と開口幅比率をさらに高めた分、上面開口部 16 e から上方へ、また側面開口部 16 b から側方への放熱がさらに増え、被覆部による放熱抑制効果が小さくなったためと考えられる。また、開口径比率を 4.00 まで高めると発熱部としての被覆部としても、種結晶 35 の鉛直方向の温度勾配を小さくすることができなくなった。

【0063】

以上実施例 1～20 と比較例 1～3 とにおける結果から

①発熱部 16 a と種結晶 35 との間の空隙に被覆部 16 d を設けることによって、種結晶 35 やネック部 36 a での鉛直方向の温度勾配が小さくなり、熱応力が軽減されることにより、転位除去能力を増大させることができ、被覆部が設け

られていない比較例 1～3 と比べて、径の大きな種結晶を用いた場合でも引き上げられる単結晶の無転位化率を向上できることが確認された。

②種結晶 35 の直径に対応して、適切な上面開口部 16 e 径及び側面開口部 16 b 幅を設定することにより、引き上げられる単結晶の無転位化率を向上させることが可能であることが確認された。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の実施の形態に係る単結晶引き上げ装置の要部を模式的に示した部分断面図である。

【図 2】

実施の形態に係る発熱部の形態を模式的に示した図であり、(a) は平面図、(b) は正面図、(c) は (a) における C-C 線断面図である。

【図 3】

別の実施の形態に係る発熱部の形態を模式的に示した図であり、(a) は平面図、(b) は正面図、(c) は (a) における C-C 線断面図である。

【図 4】

(a)～(e) は、実施の形態に係る単結晶引き上げ装置を用いた単結晶引き上げ工程のうちの、一部を実施する際の、種結晶の近傍を模式的に示した部分拡大正面図である。

【図 5】

従来の単結晶引き上げ装置の要部を模式的に示した部分断面図である。

【図 6】

従来の発熱部の形態を模式的に示した図であり、(a) は斜視図、(b) は平面図である。

【図 7】

(a)～(e) は、従来の単結晶引き上げ装置を用いた単結晶引き上げ工程のうちの、一部を実施する際の、種結晶の近傍を模式的に示した部分拡大正面図である。

【符号の説明】

1 6、1 6 A、2 6 補助加熱手段

1 6 a、2 6 a 発熱部

1 6 b 側面開口部

1 6 d、1 6 d 2 被覆部

1 6 e 上面開口部

2 1 坩堝

2 2 メインヒータ

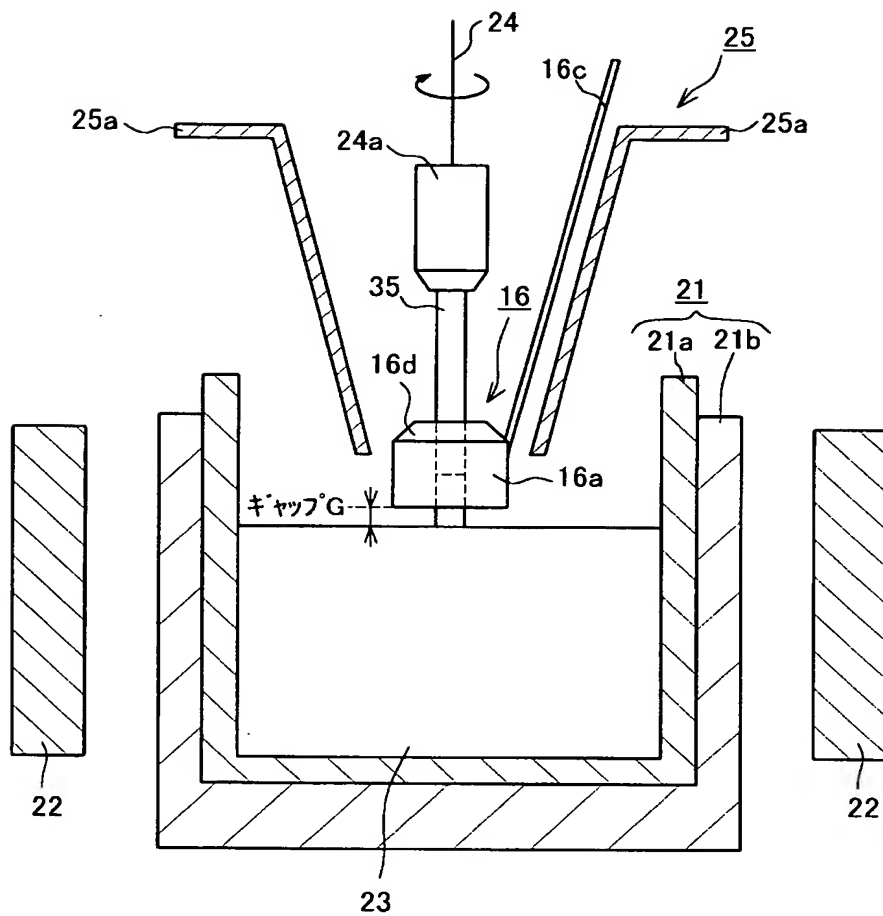
2 3 熔融液

3 5 種結晶

3 6 単結晶

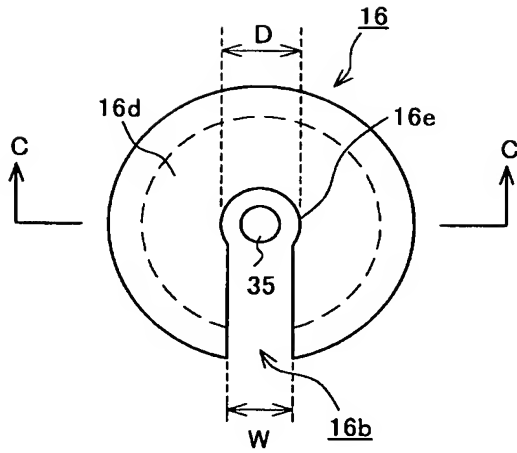
【書類名】 図面

【図 1】

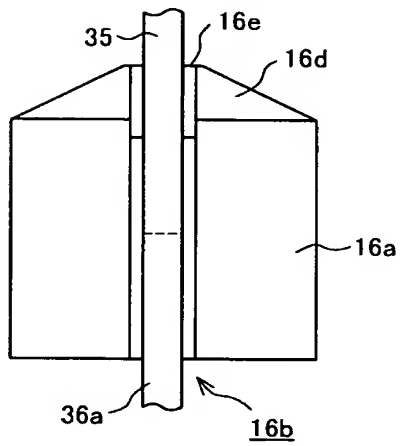


【図 2】

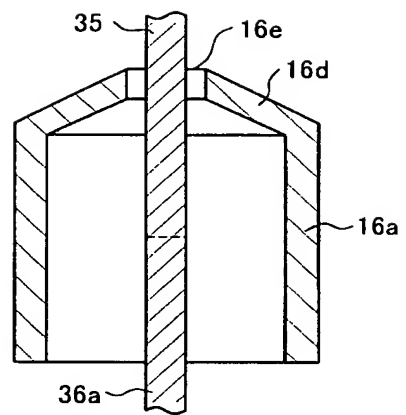
(a)



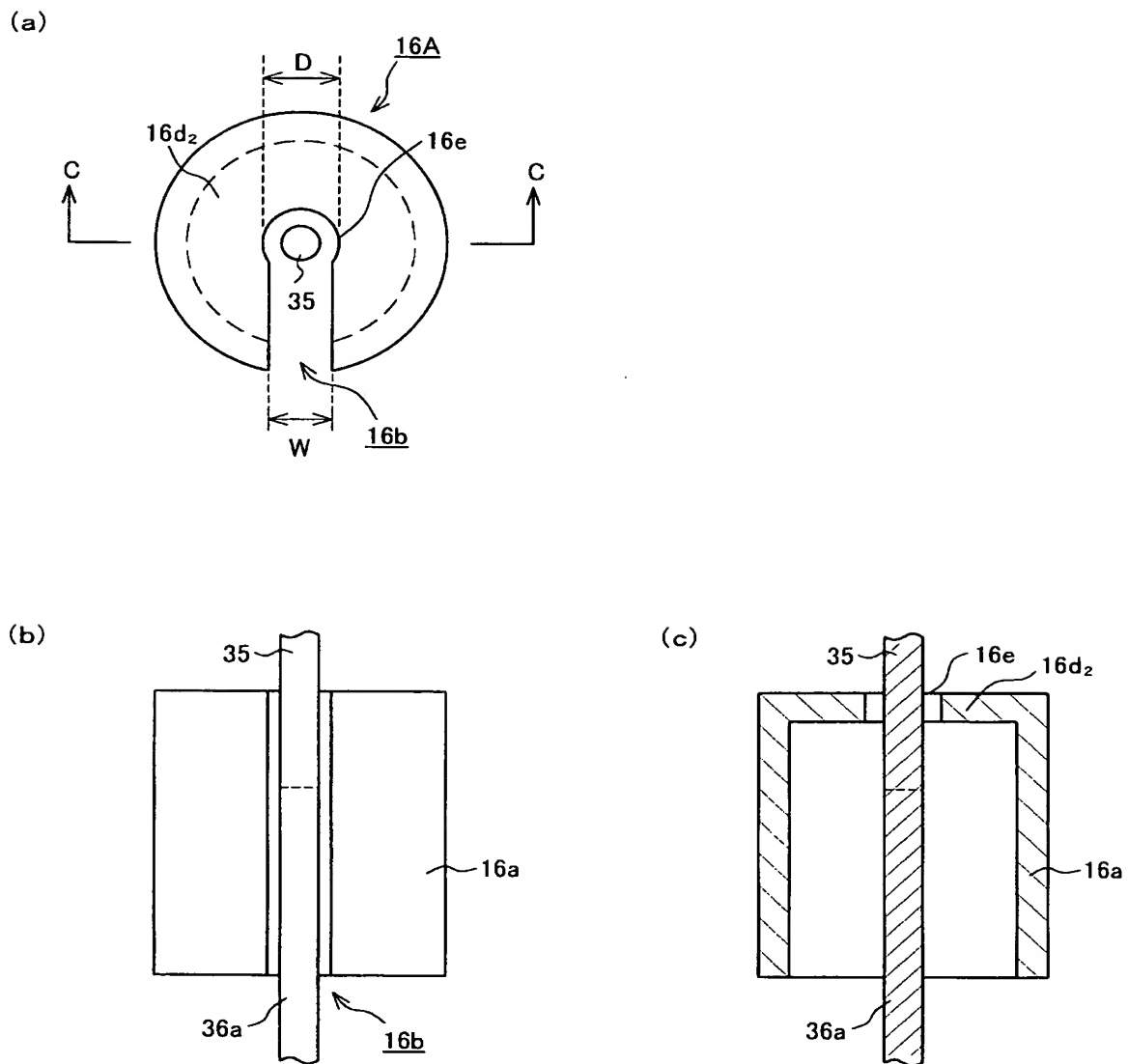
(b)



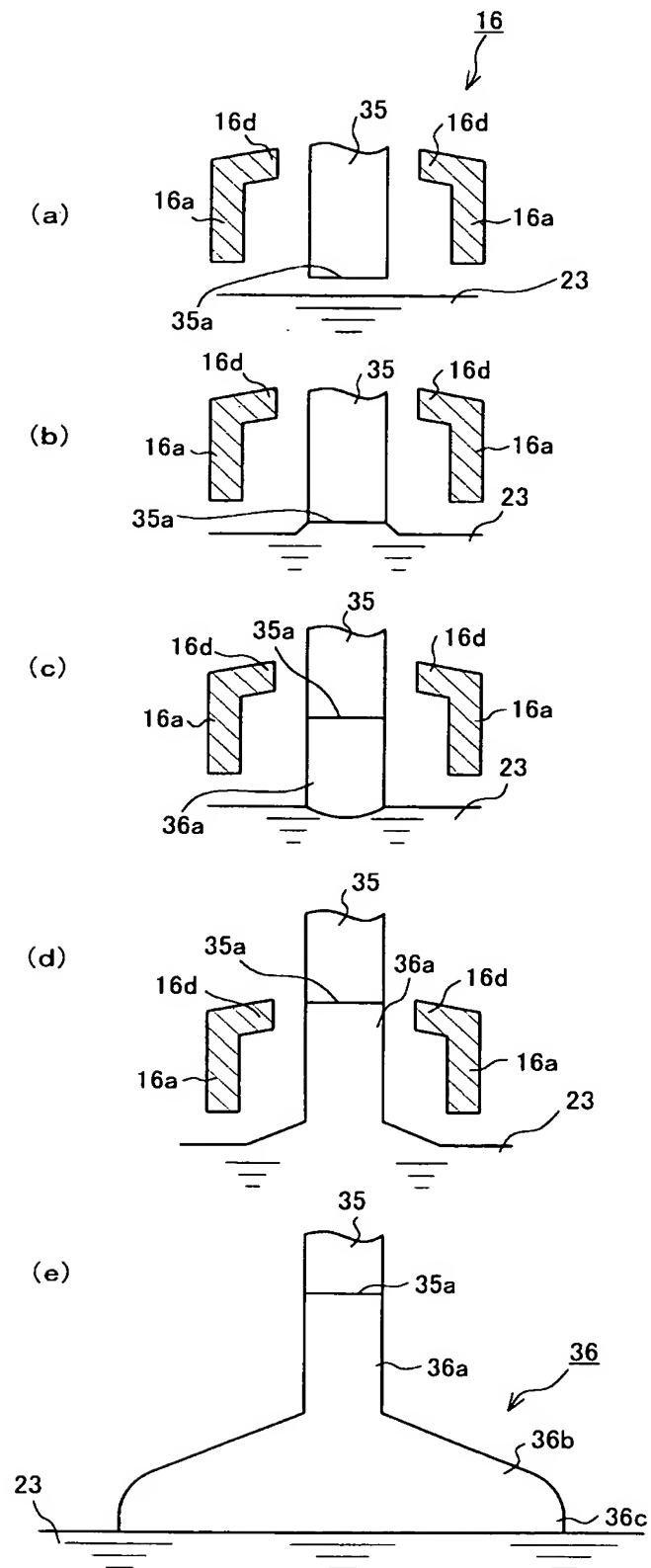
(c)



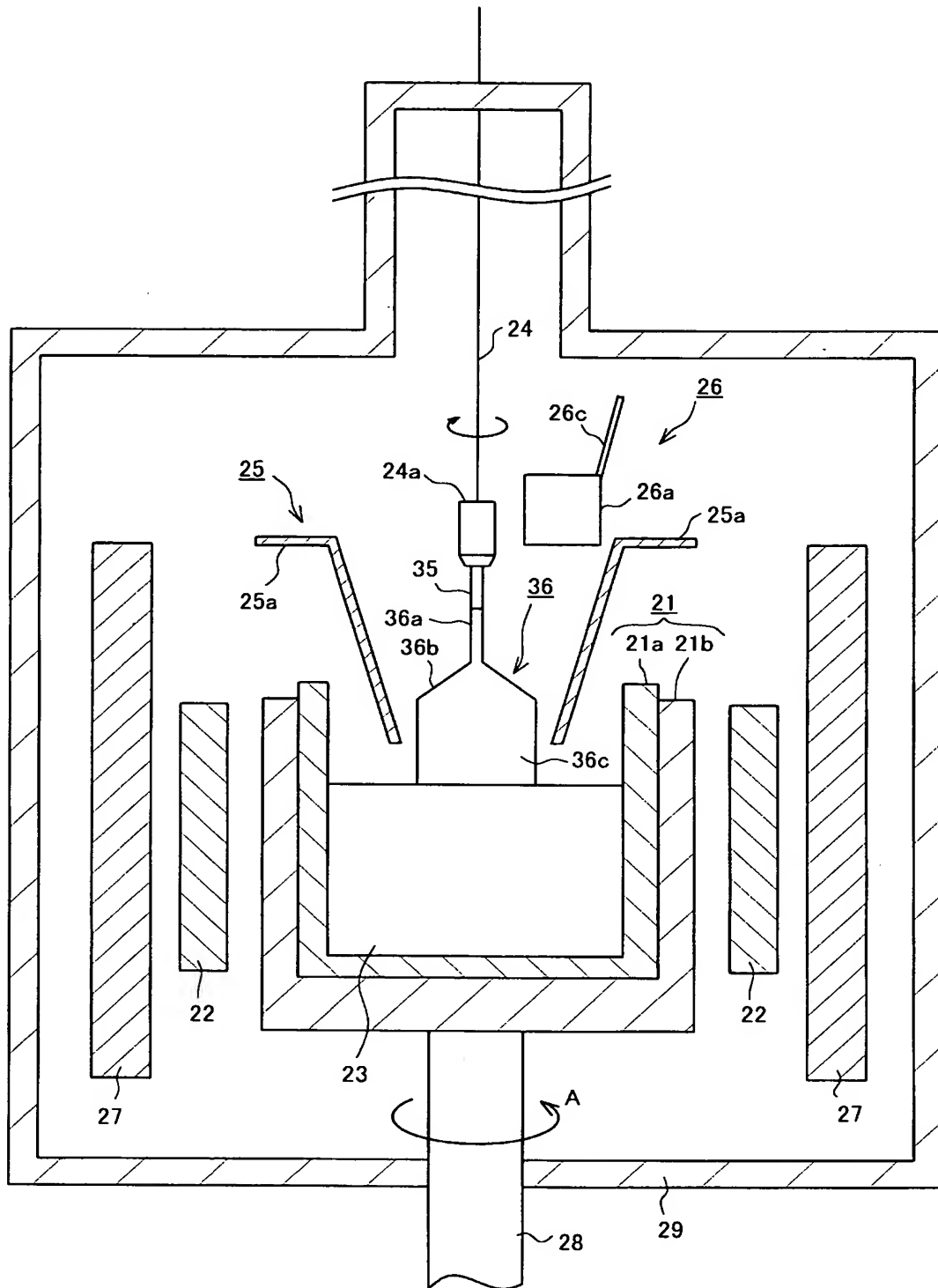
【図 3】



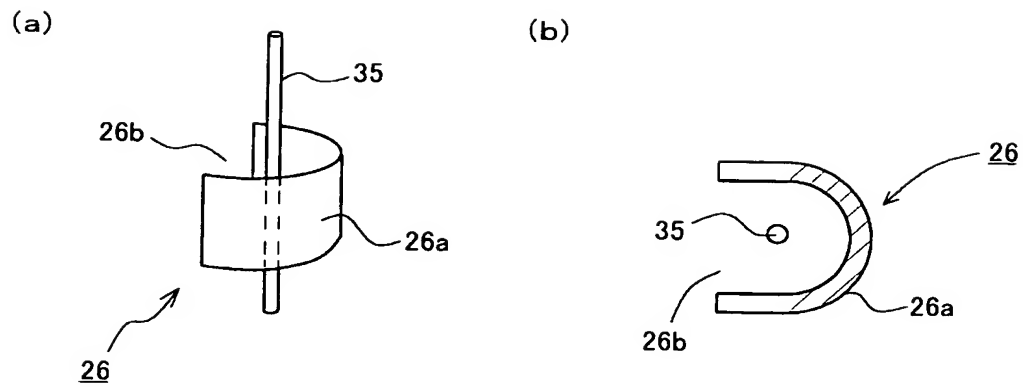
【図 4】



【図 5】

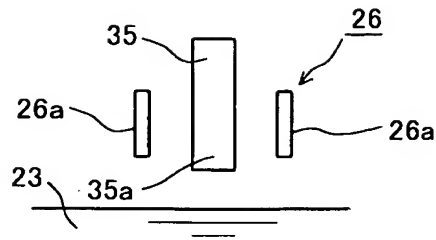


【図 6】

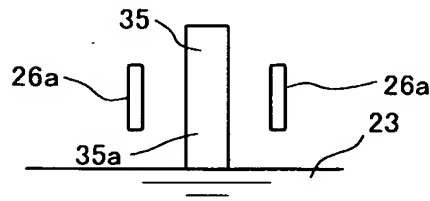


【図 7】

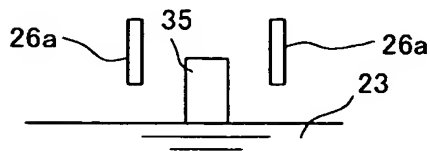
(a)



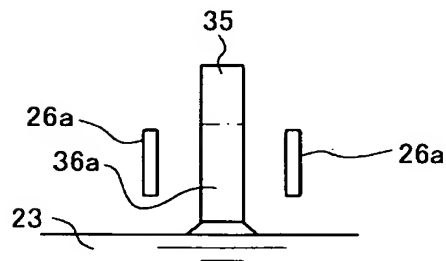
(b)



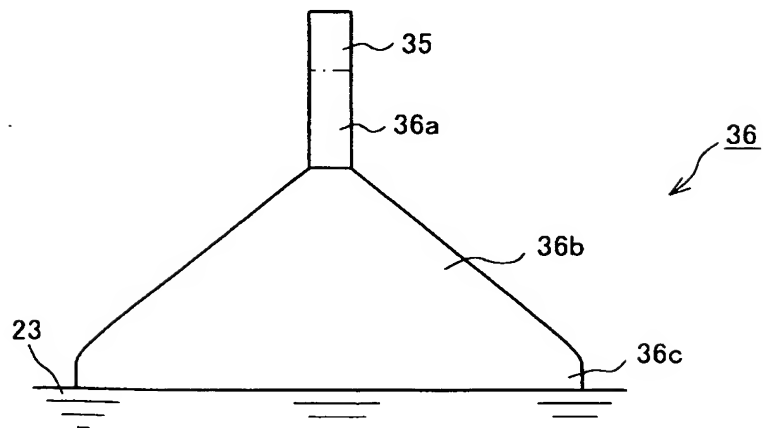
(c)



(d)



(e)



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 補助加熱手段を用いて種結晶及び／又はネック部を加熱して単結晶を引き上げる場合に、種結晶及び／又はネック部の鉛直方向の温度勾配を極力小さくして、熱応力の発生を抑制し、転位の導入を阻止して、引き上げる単結晶の無転位化率をさらに向上させることのできる単結晶引き上げ装置を提供すること。

【解決手段】 溶融液 2 3 が充填される坩堝 2 1、坩堝 2 1 の周辺に位置するヒータ 2 2、及び溶融液 2 3 の直上に位置した状態の種結晶 3 5 を取り囲むように位置させ得る発熱部 1 6 a と、発熱部 1 6 a を単結晶 3 6 の通過領域より退避させる移動機構とを含んで構成された補助加熱手段 1 6 等を備えた単結晶引き上げ装置において、発熱部 1 6 a と種結晶 3 6 との間の空隙を覆う被覆部 1 6 d が発熱部 1 6 a から延設されている。

【選択図】 図 1

特願 2 0 0 3 - 1 1 2 4 0 8

出 願 人 履 歷 情 報

識別番号

[3 0 2 0 0 6 8 5 4]

1 . 変 更 年 月 日

2 0 0 2 年 1 月 3 1 日

[変 更 理 由]

新 規 登 録

住 所

東 京 都 港 区 芝 浦 一 丁 目 2 番 1 号

氏 名

三 菱 住 友 シ リ コ ン 株 式 会 社